

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-224220

(43)Date of publication of application : 07.09.1989

---

(51)Int.Cl. C01G 23/00  
A61K 7/02  
C08K 9/02  
C08K 9/02  
C09C 3/06  
C09D 7/12

---

(21)Application number : 63-049416 (71)Applicant : CATALYSTS & CHEM IND  
CO LTD

(22)Date of filing : 02.03.1988 (72)Inventor : TANAKA HIROKAZU  
HIRAOKA HIDEYASU

---

## (54) TITANIUM OXIDE-COATED SUBSTANCE AND COSMETIC

## (57)Abstract:

PURPOSE: To improve adhesion to substrates and properties of forming dense titanium oxide films and contrive useful application to cosmetics, by treating a gel or sol of hydrous titanium oxide with hydrogen peroxide and heating the resultant aqueous solution of titanic acid in the presence of an inorganic substrate.

CONSTITUTION: Hydrogen peroxide in an amount so as to provide 1W6, preferably 2W6 ratio of  $H_2O_2/TiO_2$  is added to a sol or gel containing titanium hydroxide (in  $\leq 10$ wt.%, preferably  $\leq 5$ wt.%  $TiO_2$  concentration) to afford an yellow transparent or semitransparent aqueous solution of titanic acid in 5W20hr. An inorganic substrate or inorganic powder (the average particle diameter is suitably selected according to uses) is added to the above-mentioned aqueous solution and the resultant mixture solution is heated at  $\geq 60^\circ C$ , preferably  $\geq 80^\circ C$  to afford a titanium oxide-coated substance. The titanium oxide is used for coating in an amount so as to provide a weight ratio

TiO<sub>2</sub>/substrate of preferably  $\leq 2$ , especially more preferably within the range of 0.01W1.5.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

## ⑪ 公開特許公報(A) 平1-224220

⑫ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成1年(1989)9月7日

C 01 G 23/00

A 61 K 7/02

C 08 K 9/02

CAC

KCN

PBT

PSK

Z-7202-4G

P-7306-4C

A-6845-4J

7038-4J

6845-4J

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全9頁)

⑭ 発明の名称 酸化チタン被覆体および化粧品

⑮ 特 願 昭63-49416

⑯ 出 願 昭63(1988)3月2日

⑰ 発 明 者 田 中 博 和 福岡県北九州市八幡西区本城3506-3  
 ⑱ 発 明 者 平 岡 秀 逸 福岡県北九州市小倉北区泉台1丁目18-7  
 ⑲ 出 願 人 触媒化成工業株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番2号  
 ⑳ 代 理 人 弁理士 鈴木 俊一郎

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

酸化チタン被覆体および化粧品

## 2. 特許請求の範囲

(1) 無機基材と、該基材表面を被覆する酸化チタンとからなる酸化チタン被覆体であって、該基材表面を被覆している酸化チタンが、含水酸化チタンのゲルおよび/またはゾルに過酸化水素を加えて得られたチタン酸水溶液を、該無機基材の共存下に、加熱することにより該基材表面に析出した酸化チタンであることを特徴とする酸化チタン被覆体。

(2) 無機粉末表面が酸化チタンで被覆された酸化チタン被覆粉末を含む化粧品であって、該無機粉末表面を被覆する酸化チタンが、含水酸化チタンのゲルおよび/またはゾルに過酸化水素を加えて得られたチタン酸水溶液を、該無機粉末の共存下に、加熱することにより、該無機粉末表面に析出した酸化チタンであることを特徴とする化粧品。

## 3. 発明の詳細な説明

## 発明の技術分野

本発明は、無機基材表面が酸化チタンで被覆された新規な酸化チタン被覆体および粉末状の無機基材表面が酸化チタンで被覆された酸化チタン被覆粒子を含む化粧品に関する。

## 発明の技術的背景ならびにその問題点

酸化チタンは、高屈折率を有し、さらに紫外線遮断力などの特性も優れていることから、これらの特性を利用して各種の顔料、フィラー等として広範に使用されている。例えば雲母のような板状鉱物に酸化チタンを被覆することにより、塗料用の顔料あるいはフィラーなどとして使用されている。このような顔料あるいはフィラーは、酸化チタンが高い屈折率を有し、さらに紫外線遮断力にも優れているために、真珠のような光沢を有し、しかもこのような顔料あるいはフィラーを含む塗料などは優れた紫外線遮断性を示す。

また、球状シリカ粉末に酸化チタンを被覆することにより分散性のよい白色顔料を得ることがで

き、このような白色顔料を塗料用の顔料あるいは化粧品用の顔料として使用することができる。

このように種々の用途に利用されている酸化チタン被覆体は、基本的には、無機基材と、この無機基材の表面を被覆する酸化チタンとからなり、無機基材を酸化チタンで被覆する方法としては、乾式法と湿式法とがある。

ここで乾式法の代表的な例としては、真空蒸着法を挙げることができるが、このような乾式法を利用して得られる酸化チタン被覆体は、そのコストが非常に高くなるために、特殊な用途を除けば利用されることは少ない。

従って、被覆方法としては、湿式法が一般的であり、この湿式法としては、硫酸チタニルあるいは塩化チタン等のチタン塩水溶液を調製し、このチタン塩水溶液中に被覆基材を投入して懸濁状態にし、この懸濁液を加熱することによりチタン塩を加水分解し、加水分解により生成する酸化チタンを被覆基材表面に析出させる方法などが利用されている（例えば、特公昭43-25644号公

報、特公昭56-29708号公報、特開昭50-39738号公報、特開昭61-195169号公報参照）。

しかしながら、これらの従来の方法は、チタン塩水溶液が強酸性を呈するため、耐酸性のない被覆基材の被覆には利用することができない。また、上記の方法などにより基材表面に析出させた酸化チタンは、基材との密着性および析出した酸化チタンの緻密性などの点で必ずしも満足のいくものではなく、さらに基材との密着性が高く、緻密で強度の高い酸化チタンの被覆層を有する被覆体の開発が望まれている。

#### 発明の目的

本発明は、上記のような従来技術に伴う問題点を解消しようとするものであって、基材との密着性に優れ、かつ緻密な酸化チタンで被覆された新規な酸化チタン被覆体を提供することを目的としている。

さらに本発明の他の目的は、粉末状の無機基材との密着性に優れ、かつ緻密な酸化チタンで被覆

された酸化チタン被覆粒子を含む新規な化粧品を提供とすることにある。

#### 発明の概要

本発明に係る酸化チタン被覆体は、基材としての無機基材と、該基材表面を被覆する酸化チタンとからなる酸化チタン被覆体であって、該基材表面を被覆している酸化チタンが、含水酸化チタンのゲルおよび／またはゲルに過酸化水素を加えて得られたチタン酸水溶液を、該無機基材の共存下に、加熱することにより該基材表面に析出した酸化チタンであることを特徴としている。

さらに本発明に係る化粧品は、無機粉末表面が酸化チタンで被覆された酸化チタン被覆粉末を含む化粧品であって、該無機粉末表面を被覆する酸化チタンが、含水酸化チタンのゲルおよび／またはゲルに過酸化水素を加えて得られたチタン酸水溶液を、該無機粉末の共存下に、加熱することにより、該無機粉末表面に析出した酸化チタンであることを特徴としている。

本発明に係る酸化チタン被覆体は、無機基材表

面を被覆している酸化チタンが特定のチタン酸水溶液から析出した酸化チタンであるため、酸化チタンと無機基材との密着性が高く、かつ緻密な構造を有しているため、非常に強度が高い。

また、本発明に係る化粧品は、無機粉末表面を、上記のような優れた密着性を有し、強度が高く、さらに緻密性の優れた酸化チタンで被覆された酸化チタン被覆粉末を含んでいるので、非常に良好な使用感を有していると共に、酸化チタンの紫外線遮断作用によって、日焼け止め化粧品として使用することもできる。

#### 発明の具体的説明

以下本発明について具体的に説明する。

本発明に係る酸化チタン被覆体は、基本的には、無機基材と、この基材表面を被覆する酸化チタンとからなる。そして、本発明においては、無機基材表面を被覆する酸化チタンが、特定のチタン酸水溶液を、該基材が共存する条件下に加熱することにより、この基材表面に析出した酸化チタンであることを主な特徴としている。

本発明において無機基材表面を被覆するために用いるチタン酸水溶液は、含水酸化チタンのゲルまたはゾルに過酸化水素を加えて含水酸化チタンを溶解することにより得ることができる。

すなわち、従来公知の方法によって含水酸化チタンのゲルまたはゾルを調製する。含水酸化チタンゲルは、たとえば塩化チタンおよび硫酸チタンなどのチタン塩の水溶液にアルカリを加えて中和することによって得られる。また含水酸化チタンゾルは、チタン塩の水溶液をイオン交換樹脂に通して陰イオンを除去することによって得られる。なお、含水酸化チタンゾルあるいはゲルを調製するには、上記のような方法に限らず、従来公知の方法が広く用いられる。ここでいう含水酸化チタンとは、上記のような方法で得られる酸化チタン水和物あるいはチタン水酸化物を含む総称である。

次に上記のようにして得られた含水酸化チタンゾルまたはゲルあるいはこれらの混合物に、過酸化水素を加えて含水酸化チタンを溶解して均一な

水溶液を調製する。この際、必要に応じて約50℃以上に加熱することができ、さらにこの反応を攪拌しながら行うことが好ましい。またこの際、含水酸化チタンの濃度が高くなりすぎると、含水酸化チタンの溶解に長時間を必要とし、さらに未溶解状態のゲルが沈殿したり、あるいは得られる水溶液が粘稠になりすぎるため好ましくない。このため $TiO_2$ 濃度としては約10重量%以下、好ましくは約5重量%以下であることが望ましい。

また、加えるべき過酸化水素の量は $H_2O_2/TiO_2$ 重量比で1以上であれば、含水酸化チタンを完全に溶解することができる。

上記 $H_2O_2/TiO_2$ 比が1未満であると、含水酸化チタンが完全に溶解せず、未反応のゲルあるいはゾルが残存するため好ましくない。なお、 $H_2O_2/TiO_2$ 比は大きいほど、含水酸化チタンの溶解速度は大きく、反応は短時間で終了するが、あまり過剰に過酸化水素を用いると、未反応の過酸化水素が系内に大量に残存することとなり、次の工程に悪影響を与えるため好ましくない。

したがって、 $H_2O_2/TiO_2$ 比が1～6、好ましくは2～6程度となるような量で過酸化水素を用いることが望ましい。このような量で過酸化水素を用いると、含水酸化チタンは、通常は0.5～2.0時間程度で完全に溶解し、黄色透明若しくは半透明のチタン酸水溶液を得ることができる。

このようにして調製したチタン酸水溶液は、一般に3～12のpH値を有しており非常に安定している。従って、このチタン酸水溶液を加熱して加水分解する際に用いる基材の種類に合わせて、通常3～12の範囲内でpH値を調整して用いることができる。

このようにして調製したチタン酸水溶液は、そのまま使用することができるが、得られる酸化チタン被覆体の用途、酸化チタンの析出温度および加熱時間などを考慮して、チタン酸水溶液の濃度調整を行なうこともできる。特に本発明においては、チタン酸水溶液中の $TiO_2$ 濃度を約0.1～1.0重量%に調整して用いることが好ましい。

このようにして得られたチタン酸水溶液を、無

機基材の共存下に、加熱することにより無機基材表面に酸化チタンを析出させる。

本発明において、無機基材としては、得られる酸化チタン被覆体の用途により、種々のものを用いることができる。

本発明で用いられる無機基材としては、周期律表の第Ⅱ族、第Ⅲ族、第Ⅳ族、第Ⅴ族、第Ⅵ族および第Ⅶ族に含まれる元素を含む無機化合物が好ましい。このような元素を含む無機化合物の例としては、雲母、タルク、カオリン、ガラスフレーク、石粉、炭酸カルシウム、アルミナ、シリカ、アルミナ・シリカ、酸化亜鉛、酸化ジルコニウムおよび酸化鉄を挙げることができる。

これらの無機基材の形状は、用途に合わせて適宜選定することができ、例えば、薄片状、球状、および繊維状などの粉末であっても良く、また、これらの形状の無機物質の集合体あるいは成形体をも用いることができる。

これらの無機基材の大きさにも特に制限はなく、例えば板状の無機基材を上述のチタン酸水溶液中

に浸漬してこの板状の無機基材の表面に酸化チタンを析出させることもできる。

特に本発明に係る酸化チタン被覆体を、透明性を有する分散剤中に配合して透明性を損なわずに紫外線を効率よく遮断する目的で使用する場合には、被覆体の平均粒子径が80 $\mu\text{m}$ 以下、好ましくは10 $\sim$ 50 $\mu\text{m}$ になるような無機粉末を用いることが好ましい。

また、酸化チタン被覆体を、例えば化粧品用のファンデーション基剤あるいは顔料など隠蔽力を要求される用途に用いる場合には、被覆体の平均粒子径が、0.1 $\sim$ 30 $\mu\text{m}$ となるような無機粉末を用いることが望ましい。

上述のチタン酸水溶液を上記のような基材の存在下に加熱することにより、チタン酸水溶液中から酸化チタンが析出して無機基材あるいは無機粉末の表面を被覆する。

無機基材表面を酸化チタンで被覆する具体的な方法としては、被覆される酸化チタン量を予め算出し、この量に対応するチタン酸水溶液と無機基

材とを混合した後加熱する方法、チタン酸水溶液の一部と無機基材全部とを混合して加熱し、予め基材表面に酸化チタンの薄層を形成した後、残りのチタン酸水溶液を添加してこの薄層上にさらに酸化チタンを被覆させる方法、および、無機基材の懸濁液または分散液中にチタン酸水溶液を少量ずつ添加しながら加熱して基材表面に酸化チタンを徐々に析出させる方法などを挙げることができる。

チタン酸水溶液の加熱温度は、チタン酸水溶液中に溶解しているチタン化合物が加水分解して析出する温度以上であればよく、通常はチタン酸水溶液を60 $^{\circ}\text{C}$ 以上、好ましくは80 $^{\circ}\text{C}$ 以上に加熱ことが望ましい。

上記のようにすることによって、チタン酸水溶液中に溶解しているチタン化合物が酸化チタンとして析出し、この析出した酸化チタンが無機基材表面を被覆する。この析出する酸化チタンは、非常に微細な粒子であるため、無機基材表面に対する密着性が良好であると共に、無機基材表面が均

一にかつ緻密に被覆される。

また、本発明の酸化チタン被覆体における酸化チタン被覆量(重量比)は、用いる無機基材の種類、粒子径、形状、比重および表面積などによって異なるので、被覆重量はこれらを考慮して適宜設定することができる。

ただし、本発明においては、 $\text{TiO}_2$ /基材(重量比)を約2以下に設定することが好ましく、さらに0.01 $\sim$ 1.5の範囲内にすることが特に好ましい。

このようにして酸化チタンを被覆した後、通常は酸化チタン被覆体を水溶液から分別し、洗浄した後、乾燥することにより、本発明に係る酸化チタン被覆体を得ることができる。また、このようにして得られた酸化チタン被覆体を、必要に応じて焼成して使用することもできる。特にマイカ表面を上記のようにして酸化チタンで被覆して焼成することにより、真珠光沢を有する酸化チタン被覆体を得ることができる。この場合、焼成温度は従来の真珠顔料の場合と同じ範囲内に設定する。

上記のように焼成することなく、あるいは焼成して得られた酸化チタン被覆体の酸化チタンは、アナターゼ型結晶が比較的良好に成長し、かつ非常に微細な結晶として析出するために、無機基材を被覆する酸化チタンは、非常に緻密な層を形成するものと考えられる。

次に本発明に係る化粧品についてさらに詳しく説明する。

本発明に係る化粧品は、基材としての無機粉末表面が、含水酸化チタンのゲルおよび/またはゾルに過酸化水素を加えて得られたチタン酸水溶液を、該無機粉末の共存下に、加熱することにより、該無機粉末表面に析出した酸化チタンで被覆されている酸化チタン被覆粉末を含んでいる。

すなわち、本発明に係る化粧品に配合される酸化チタン被覆粉末は、無機粉末の表面が特定のチタン酸水溶液から析出させた酸化チタンで被覆されている。

そして、被覆体の無機粉末の平均粒子径により、透明性を有する化粧品および隠蔽性を有する化粧

品とすることができる。

例えば、平均粒子径が80μm以下、好ましくは10～50μmの酸化チタン被覆粉末を透明基剤中に配合した化粧品は、透明性を損なわずに紫外線を効率よく遮断するため、日焼け止め作用を有する化粧品として使用することができる。

また、平均粒子径が0.1～30μmの酸化チタン被覆粉末は、隠蔽力が非常に良好であるため、例えばファンデーションの基剤として用いることができる。

さらに、薄片状の無機粉末に酸化チタンを被覆した長さ0.1～50μm、厚さ0.01～3μmの被覆粉末を配合すれば、肌への密着性が良く、延び、化粧落ちの少ない化粧品が得られる。

このような酸化チタン被覆粉末を用いた化粧品は、粉末状、ケーキ状、スチック状、乳状および液状等の状態の化粧品に配合して使用することができ、特に固形ファンデーションおよび乳化ファンデーションなどに配合して使用することが好ましい。

このようにして製造された化粧品は、酸化チタンで被覆された酸化チタン被覆粉末を含むために、使用感に軽さがあり、例えば固形ファンデーションの場合、ファンデーションの延びがよく、素肌に対するファンデーションのつきもよく、また、化粧後は化粧崩れしにくい。さらに、このようにファンデーションの「のり」が良いにも拘らず、例えばクレンジングクリームなどを用いることにより、このファンデーションを容易に除去(クレンジング)することができる。

さらに、本発明に係る化粧品は、酸化チタン被覆粉末を含むために、この粉末中の酸化チタンによって紫外線が遮蔽されるために、日焼け防止効果をも有する。

なお、本発明に係る酸化チタン被覆体は、上記化粧品に配合して使用する他に、隠蔽力および紫外線遮蔽作用を利用して、例えばプラスチックの添加剤として使用することができる。このようなプラスチックを例えば自動車のダッシュボードメーターなどのバックライト蓋などとして使用

本発明に係る化粧品において、酸化チタン被覆粉末は、化粧品全重量に対して、 $TiO_2$ として通常は、0.05重量%以上、好ましくは0.1～70重量%の範囲内で使用することができる。

本発明に係る化粧品において、酸化チタン被覆粉末と共に化粧品を構成する他の成分については、化粧品の形態によって異なるが、例えばカオリン、炭酸カルシウム、セリサイト、タルク、亜鉛華および金属石鹸などの粉末成分、酸化鉄などの顔料、脂肪酸、脂肪酸エステル、高級アルコールおよび脂肪族炭化水素などの油性剤、界面活性剤ならびに香料などを配合し、プレス成形などの方法を利用して成形することにより固形ファンデーションを製造することができる。また酸化チタン被覆粉末を上記の成分などと共に水に乳化、あるいは分散させることにより乳化ファンデーションを製造することができる。さらに、酸化チタン被覆粉末、顔料および香料などを、蜜蝋あるいはパラフィンワックスなどの固形油状成分に練りこむことにより例えば口紅などを製造することができる。

することにより、計器類が非常に見易くなる。

また、本発明に係る酸化チタン被覆体を食品包装用プラスチックフィルムに配合することにより、フィルムの透明性を損なうことなく、紫外線を遮断することができ、食品の鮮度の低下を有効に防止できる。

さらに、多孔質無機基材の表面を酸化チタンで被覆した酸化チタン被覆体は、これ自体で触媒として使用することもでき、さらに他の触媒成分を担持させることにより、非常に良好な酸化チタン系触媒となると共に、良好な触媒担体ともなる。  
**発明の効果**

本発明に係る酸化チタン被覆体は、無機基材表面を被覆している酸化チタンが特定のチタン酸水溶液から析出した酸化チタンであるため、酸化チタンと無機基材との密着性がよく強度が高いと共に緻密な構造を有している。

さらにマイカのような薄片状基材表面を酸化チタンで被覆することにより、従来の珪珠顔料に比較して優れた珪珠光沢を有する顔料を得ることが

できる。

また、本発明に係る化粧品は、無機粉末表面を、上記のような優れた密着性を有し、強度が高く、さらに緻密性の優れた酸化チタンで被覆された酸化チタン被覆粉末を含んでいるので、非常に良好な使用感を有していると共に、酸化チタンの紫外線遮断作用によって、日焼け止め化粧品として使用することもできる。

次に本発明を実施例により説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

#### 実施例 1

硫酸チタニルを純水に溶解し、 $TiO_2$ に換算したチタン含有率が2.0重量%の硫酸チタニル水溶液を得た。この水溶液に15%アンモニア水を徐々に添加し、pH8.5の白色スラリー液を得た。このスラリーを濾過した後、洗浄し、固形分濃度が11重量%である含水酸化チタンゲルのケーキを得た。

この含水酸化チタンゲルのケーキ4.55kgに35%過酸化水素水3.57kgと純水4.4kgと

んは、アナターゼの結晶が良く成長した酸化チタンであることがわかる。

#### 比較例 1

$TiO_2$ に換算したチタン濃度が5重量%の硫酸チタニル水溶液10kgを調整し、この水溶液と実施例1で用いたタルク粉末と同じタルク粉末500gとを混合した。この懸濁液を加熱沸騰させ、この状態を2.5時間続けた。2.5時間後、冷却、濾過、洗浄した後、110℃で乾燥させて酸化チタンで表面が被覆されたタルクを得た。

得られたタルクを走査型電子顕微鏡で観察したところ、タルクの表面に粒状の酸化チタンが存在しており、タルク表面には酸化チタンの形状に沿った凹凸がみられた。

この酸化チタンで被覆されたタルクのX線回折図を第2図に示す。第2図から明らかなように、このタルクの表面にある酸化チタンは、実施例1で得られた酸化チタン被覆タルクにおける酸化チタンと比較すると、アナターゼの結晶の成長が少ないことがわかる。

を加えた後、85℃で3時間加熱して、 $TiO_2$ 換算したチタン含有率が4.0重量%のチタン酸水溶液12.5kgを得た。このチタン酸水溶液は、黄褐色透明でpHは7.6であった。

次に厚さ0.1~0.2 $\mu m$ 、長さ2~10 $\mu m$ の形状を有するタルク粉末500gと上記チタン酸水溶液12.5kgを混合したのち、95℃で96時間加熱した。懸濁液は最初淡黄白色であったが、96時間後には白色となった。これを濾過し、固形分を洗浄した後、110℃で乾燥させた。なお濾過して得られた濾液は無色透明であった。

このようにして得られた酸化チタン被覆タルクは非常に隠蔽力のある白色の粉末であった。また、この粉末の表面状態を走査型電子顕微鏡で観察したところ、凹凸の少ない平滑な被覆層が形成されていることがわかった。

この酸化チタン被覆タルクのX線回折図を第1図に示す。第1図から明らかなように、本発明に係る酸化チタン被覆タルクの表面にある酸化チタ

#### 実施例 2

実施例1において、タルク粉末の代わりに、平均粒径20 $\mu m$ のアルミナ微粒子（デグサ社製Aluminum Oxide C）を用いて、これを1.4kg用いた以外は、実施例1と同様に操作して、酸化チタン被覆アルミナ微粒子を得た。

この酸化チタン被覆アルミナ微粒子10部を、流動パラフィン90部に、ホモキセサーで充分分散させて流動物を得た。

この流動物を透明石英板に塗膜厚が5 $\mu m$ になるように塗布した。

この透明石英板を分光光度計（柳井製作所製330型）に装填し、280~400nmの波長領域の紫外線の吸光度および400~700nmの波長領域の光線の透過率を測定した。

結果を第3図および第4図に示す。

第3図および第4図から明らかなように、この酸化チタン被覆アルミナ微粒子は、良好な紫外線遮蔽効果を示すと共に、透明性に優れている。

#### 実施例 3



実施例1で得られたチタン酸水溶液を純水で希釈してTiO<sub>2</sub>濃度が1重量%のチタン酸水溶液2.2kgを得た。

このチタン酸水溶液にマイカ(山田鉱業所御製Y-1000M)40gを添加し懸濁させた。

この水溶液を130℃で、8時間加熱後、濾過、洗浄し、110℃で乾燥して、酸化チタン被覆マイカを得た。

この酸化チタン被覆マイカを、400℃で3時間焼成して、真珠光沢を有する真珠顔料を得た。

#### 実施例4

実施例1で得られた酸化チタン被覆タルクを用いて、下記の組成の固型ファンデーションを製造した。

(1)酸化チタン被覆タルク	15.0重量%
(2)セリサイト	45.0重量%
(3)タルク	30.0重量%
(4)酸化鉄顔料(赤)	1.4重量%
(5)酸化鉄顔料(黒)	0.2重量%
(6)酸化鉄顔料(黄)	2.9重量%

実施例4で得られた試料Aと比較例2で得られた試料Bとを用いてパネル試験を行なった。

結果を表1に示す。

表 1

	試料 A	試料 B
使用感	軽さ	⊙
	延び	⊙
	つき	⊙
	化粧崩れの有無	○ △
	化粧おち	○ △
日焼け防止効果	△	×

表1より試料Aのファンデーションは、試料Bのファンデーションと比較すると、化粧に軽さがあり、素肌に対するつきがよく、さらに化粧崩れにくいことがわかる。さらに、クレンジングクリームを用いたファンデーションの除去性も優れ

(7)イソステアリアルアルコール	2.0重量%
(8)ラノリン	2.0重量%
(9)ソルビタン脂肪酸エステル	0.5重量%
(10)トリエタノールアミン	1.0重量%
(11)香料	適量

製造方法は次の通りである。

まず、ラノリン、ソルビタン脂肪酸エステル、トリエタノールアミンおよび香料を70℃に加熱、混合して液状混合物を得た。

別に酸化チタン被覆タルク、セリサイト、タルクおよび酸化鉄顔料(赤、黒、黄色)を混合して粉末状混合物を得た。

次いで得られた液状混合物と粉末状混合物とを充分に混合し、この混合物をプレス成型して、固型ファンデーションを得た(試料A)。

#### 比較例2

実施例4において、酸化チタン被覆タルクの代りに市販の酸化チタン微粒子(デグサ社製P-25)を用いた以外は、同様にして固型ファンデーションを得た(試料B)。

ている。また、日焼け防止に関してもある程度効果が認められた。

#### 実施例5

実施例2で得られた酸化チタン被覆アルミナ微粒子を用いて、下記の組成を有する乳化ファンデーションを下記の方法によって製造した。

(1)酸化チタン被覆アルミナ微粒子	10.0重量%
(2)酸化チタン顔料	5.0重量%
(3)酸化鉄顔料	3.0重量%
(4)ステアリン酸	0.4重量%
(5)イソプロピルミリスチート	4.0重量%
(6)イソステアリン酸	0.3重量%
(7)スクワラン	14.0重量%
(8)セチルアルコール	0.3重量%
(9)アロビレングリコール	5.0重量%
(10)トリエタノールアミン	0.4重量%
(11)防腐剤	適量
(12)精製水	57.2重量%
(13)香料	適量
(4)~(8)の成分を85℃に加熱して溶解した	

後、この溶解液中に(1)～(3)の成分を添加し、均一に分散させた。

次いでこの分散液に、(9)～(12)の成分を85℃に加熱して溶解させた状態で徐々に添加し、乳化させた。

(9)～(12)の成分を添加後、攪拌冷却して45℃に温度調整し、これに(13)を加え、35℃まで攪拌冷却して乳化ファンデーションを得た。

得られたファンデーションを用いることにより、透明感ある仕上がりとなり、延びも良く、また紫外線遮蔽効果、耐光性にも優れている。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、実施例1で得られた本発明に係る酸化チタン被覆タルクのX線回折図の一例である。

第2図は、比較例1で得られた酸化チタンで表面が被覆されたタルクのX線回折図の一例である。

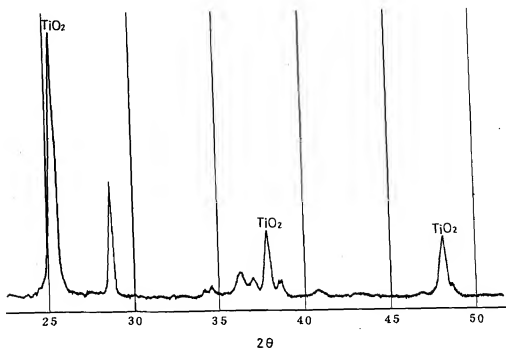
第3図は、酸化チタン被覆アルミナ微粉末の280～400nmの波長領域の紫外線の吸光度の例を示すグラフである。

第4図は、酸化チタン被覆アルミナ微粉末の

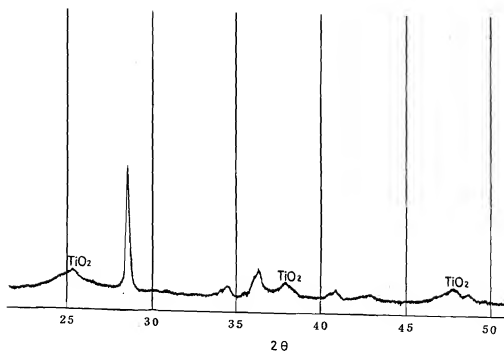
400～700nmの波長領域の光線の透過率の例を示すグラフである。

代理人 井理士 鈴木 俊一郎

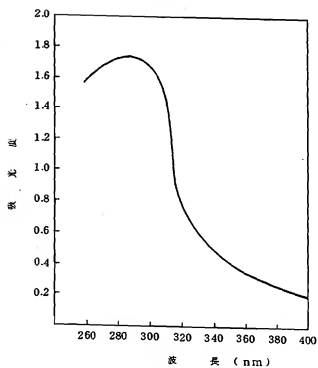
第 1 図



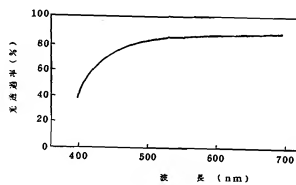
第 2 図



第 3 図



第 4 図



【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第1区分

【発行日】平成6年(1994)2月22日

【公開番号】特開平1-224220

【公開日】平成1年(1989)9月7日

【年通号数】公開特許公報1-2243

【出願番号】特願昭63-49416

【国際特許分類第5版】

C01G 23/00 Z 7305-4G

A61K 7/02 P 9165-4C

C08K 9/02 CAC

KCN A 7242-4J

C09C 3/06 PBT 6904-4J

C09D 7/12 PSK 7211-4J

手続 補正 特許 審判

平成5年5月26日

特許庁長官 藤生 敏 殿



## 1. 事件の表示

昭和63年 特許第 第49416号

昭和63年3月2日提出の特許願

## 2. 発明の名称

酸化チタン被覆体および化粧品

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 東京都千代田区大手町2丁目6番2号

名 称 触媒化成工業株式会社

代表者 成 瀬 油

## 4. 代理人 (郵便番号 141)

住 所 東京都品川区西五反田七丁目13番5号

正坂田山崎ビル 6階

【電話東京(341)3161(代表)】

氏 名 井野上 幹 木 俊 一郎



## 5. 補正命令の日付

自動補正

## 6. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

## 7. 補正の内容

別紙のとおり

## 補正の内容

- (1) 明細書第6頁第10行目において、  
「遮断作用」とあるのを、  
「遮蔽作用」と補正する。
- (2) 明細書第11頁第5行目において、  
「遮断する」とあるのを、  
「遮蔽する」と補正する。
- (3) 明細書第11頁下から第9行目において、  
「ような無型」とあるのを、  
「ような無機」と補正する。
- (4) 明細書第14頁下から第2行目において、  
「被覆体の模粉末」とあるのを、  
「被覆粉末」と補正する。
- (5) 明細書第15頁第5行目において、  
「遮断する」とあるのを、  
「遮蔽する」と補正する。
- (6) 明細書第18頁第4～5行目において、  
「遮断する」とあるのを、  
「遮蔽する」と補正する。

- (7) 明細書第19頁第7行目において、  
「遮断作用」とあるのを、  
「遮断作用」と修正する。